BEST AVAILABLE COPY

Patent Application Public notice 1970-11132

44 Public Notice Date

April 22, 1970

54 TITLE

Aliphatic SH - The synthetic method for anilide.

72 INVENTOR

Toshizi Fukumaru Noritaka Hanma Tadashi Nakatani

Hideaki Fukushima

Katsuyuki Dohi

71 APPLICANT

Sumitomo Chemical company

Assignee Yukio Sawaura

21 Patent

1967-568

22 Application Date

December 28, 1966

Abstract Summary

- This patent is to cover the synthetic method for Aliphatic SH, anilide.
- Two reaction materials for this reaction are
 - 1) Higher fatty acid as showing the following

RCOOH: R means the saturated or unsaturated aliphatic group containing up to $C_{15} \sim C_{25}$, with/without OH group and/or with/without branch

- 2) Aniline derivative, which is having SH group
- This reaction is the dehydrated condensation reaction with heating treatment.
- The compounds indicating in this application were synthesized by the said reaction and were newly synthesized compounds, which were not published in any manuscripts. It was also shown that this group of compounds has the prevention effect for atherosclerosis(the detail was not described).

國日本分類 16 C 47

30 B 0

日本国特許庁

①特 許 出 願 公 告 昭 45—11132

④公告 昭和 45年(1970)4 月22 日

発明の数

(全5頁)

函脂肪族 S H ーアニリトの製法

创特 昭42-568

包出 昭41(1966)12月28日

個発 明 者 福丸俊次

京都市東山区山科御陵別所町 65

同 半間範隆

西宮市甲子園口3の28の16

审 仲谷坦

費中市曾根東町2の66

司 福岛英明

高槻市登美の里町18の19

同 土岐克之

西宮市甲子園口2の9の7

の出 人 住友化学工業株式会社

大阪市東区北浜5の15

代 表 者 長谷川周重

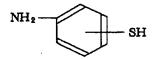
代理 人 弁理士 沢浦雪男

発明の詳細な説明

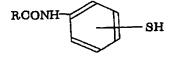
本発明は次の一般式

 $RCOOH \mid R = C_{15} \sim C_{25}$ までの OH 基を有 するかまたは有しない分枝状 または直鎖状の飽和または不 飽和脂肪族基を表わす

にて示される高級脂肪酸と次の一般式



にて示される SH 基を有するアニリン誘導体とを 加熱的に脱水縮合せしむることを特徴とする次の゜ 一般式



にて示される脂肪族SH = アニリドの製法に係り その目的とする所は著効を有する動脈硬化防止剤 の安価且つ工業的有利な製法を提供するにある。

本発明方法に含有される物質は、全て本発明者 5 等に依り初めて合成された文献未記載の新規化合 物であり、本アミド合物群は極めて勝れた動脈硬 化防止作用のあることが判明した。

脂肪酸 (ROOOH) については R = C15~ C25 迄の OH 基を有するかまたは有しない分枝状また 10 は直鎖状の飽和および不飽和脂肪酸で下配に例示 する脂肪酸を代表例とするものであるが、勿論と れら以外の脂肪酸でもRの範囲に包含されるもの は全て本発明方法中に含有されるべきである。飽 和脂肪酸としてはパルミチン酸、ステアリン酸、

- 15 イソステアリン酸、アラキン酸、ペヘン酸、リグ. ノセリン酸、ペンタコサン酸、ヘキサコサン酸、 不飽和脂肪酸としては、パルミトオレイン酸、ゾ ーマリン酸、オレイン酸、ペトロセリン酸、エラ イジン酸、パクセン酸、ガドレン酸、エルカ酸、
- 20 プラシジン酸、セラコレイン酸、リノール酸、リ ノエライジン酸、リシノール酸、エレオステアリ ン酸、リノレン酸、パリナリン酸、アイコサテト ラエン酸、アラキドン酸、アイコサペンタエン酸、 ドコサペンタエン酸等の単独または混合の状態、
- 25 或は以下に記す天然油脂の加水分解酸または簡単 に固体酸と液体酸とを分離した液体酸でもよい。 即ち麻実油、アマニ油、エコマ油、オイチシカ油、 カヤ油、クルミ油、ケシ油、サフラワ油、スイカ種油、大 豆油、ヒマワリ油、ヌカ油、カポチヤ種油、コウ
- 30 リヤン油、ゴマ油、トウモロコシ油、ナタネ油、 綿実油、オリープ油、カシュー実油、ツバキ油、 パッカク油、ヒマシ油、落花生油、パーム油、パ ーム核油、ヤシ油、牛脂、豚脂、骨油、馬油、イ ナゴ油、サナギ油、サメ油、イカ油、イワシ油、
- 35 サバ油、サンマ油、ニシン油、アジ油、タラ油、 マス油、ボラ油、マグロ油、メヌケ油、メンヘー デン油、ウナギ油、カレイ油、クジラ油、肝油、 残油等の脂肪酸である。

4

次に本反応の原料の一つであるアミンに就て説 明するならば以下の如き、アミンすなわち、

に当たつて使用される。

次に本発明方法に含有される反応の態様を説明 するならば、以下の通りである。

即ち上記脂肪酸と当モルまたは若干過剰のアニ 15 リン誘導体を加え、両者を100~300℃迄の 温度で、1時間から100時間程度加熱し、此の 間副生する水を必要に応じて反応系外に駆逐しな から反応を進行せしむることが出来る。また必要 に応じてオートクレープ中高温に加熱して反応時*20

*間を短縮せしめ目的物を得ることも出来る。

反応終了後、反応生成物を常法通り酸洗、アルカリ洗、水洗、乾燥等の処理を行い蒸留または再結晶すれば目的物が得られるが、大抵の場合は直5 に蒸留精製することに依り、目的物を精製し得る。 以下実施例に就て詳細な説明を行う。

実施例 1

10月リノール酸と6月ローアミノチオフェノールを混じ反応中副生する水を反応系外に駆逐し 10ながら180℃に24時間加熱する。反応終了後 直に蒸留を行う。

> b.p. 203~211℃/0.07mmHg 113g 元素分析 理論値(%) 分析値(%) C 74.38 74.44 H 9.62 9.73 N 3.61 3.42

以下表をもつて実施例を示す。

| 实施例 | | アミン包 | 反応 | 反応 | | T | | 0 | % | н | % | N N | % |
|-----|----------------|---|-----|-----|-----------|--------|---|-----------|----------|---------|---------|---------------------|--------|
| 99 | 100 | ,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,, | 呣M | 湿度 | b, p. C | muHg | アメド株造 | 理論 | 分析 | 理論 | 分析 | 理論 | 分析 |
| 2 | ・ リノール 政 | H9 H ₁ S | 18 | 180 | 198-204 | O.O B | H8 O 17H 31 CONH- | 7 4.3 8 | 7 4.4 \$ | 9.6 2 | 9.6 6 | 3. 6 1 | 3.47 |
| 3 | | H ₂ N-CSH | 2 0 | 180 | 200-208 | 0.05 | C, 7H 41 CONH | H 7 4.3 8 | 7 4.5 2 | 9.62 | 9.7 8 | 8.61 | 3.5 9 |
| 4 | | н.м-С | 2 0 | 170 | .200-2-05 | 0.06 | С.,Н.,ООМН———8 | H 74.38 | 7 4.4 9 | 9.6 2 | 9.7 7 | 3.6 1 | 3. 3 1 |
| 5 | オレイン 酸 | ня 🗸 | 2 0 | 175 | 200-206 | 0.0 5 | C 17 H 82 OONH | 7 3. 9 9 | 7 4.1 0 | 1 C.O 9 | 1 0.2) | 3.60 | 3.40 |
| 6 | イソステ アリン酸 | 8H H ₈ N- | 20 | 150 | 200-211 | C. O 8 | 8H C ₁₇ H ₈ CONH | 7 3.6 1 | 7 5.8 3 | J 0.5 5 | 1 0.7 6 | 3. 5 _. 8 | 3.5 2 |
| 7 | リノレン 酸 | H ₂ N- | 2 0 | 170 | 201-206 | 0.05 | C ₁₇ H ₂₈ CONH | 7 4.7 6 | 7 4.9 2 | 9. 1 8 | 9. 3. 3 | 3. 6 3 | 3.4 1 |

6

| 4 | Т | | | | | | |
|-----|-------------|-------------------------|----------|----------|---------------|--------|------------------------|
| 実施例 | 酸. | アミン部 | 反応 時間 | 反応 温度 | - b.p.℃ | mm H g | ア ミ ド 構 造 |
| 8 | 大豆油酸 | H₂N-SH | 2 0 | 170 | 188-211 | 0.06 | 大 豆 油 OONH SH |
| 9 | サフラワ 油 酸 | H ₂ N-SH | 2 0 | 170 | 190-209 | 0.05 | サフラワ油 CONH SH |
| 10 | コマ油酸 | SH H ₂ N | 2 0 | 170 | 196-210 | 0.0 5 | SH ゴマ油 CONH |
| 11 | ヒマシ油酸 | SH H ₂ N | 2 0 | 170 | 195-208 | 0.06 | ・ SH ヒマシ 油 CONH |
| 12 | 綿実油酸 | H ₂ N SF | 20 | 170 | 200-213 | 0.06 | 綿 実 油 CONH SH |
| 13 | 療油酸 | H ₂ N SI | 20 | 165 | 193-208 | 0.05 | 糠 油 CONH SH |
| 14 | ヒマワリ 油 酸 | H ₂ N SI | 20 | 1 6 5 | 198-211 | 0.04 | ヒマワリ油 CONH SH |
| 15 | アマニ油酸 | H ₂ N SI | i 2 0 | 170 | 1 9 5 - 2 0 8 | 0.03 | ァマ = 油 OONH SH |
| 16 | トウモロコシ油酸 | SH H ₂ N- | 2 0 | 1 6 0 | 196-217 | 0.0 5 | SH トウモロコ CONH シ油 |
| 17 | ナタネ 酸 | H ₂ N—SH | 2 0 | 170 | 196-216 | 0.05 | ナタネ 油 CONH |
| | | | | | | | |

| | ή | | | | | | |
|-----|--------------|-------------------------|----------|----------|---------|--------|-------------------------|
| 奥施例 | 酸 | アミン部 | 反応 時間 | 反応 温度 | b.p.℃ | nn H g | アミド構造 |
| 18 | オリープ油 酸 | | 20 | 170 | 199-213 | 0.04 | オリーブ油 CONH SH |
| 19 | - イカ油酸 | H ₂ N SH | 2 0 | 160 | 188-219 | 0.0 5 | 1 カ 油 C ONH≪ SH |
| 20 | イワシ油 酸 | SH H ₂ N | 2 0. | 170 | 194-217 | 0.05 | SH イワシ 油 C ONH |
| 21 | サバ油酸 | H₂N√SH | 18 | 170 | 188-217 | 0.0 6 | サ パ 油 CONH SH |
| 22 | サンマ油酸 | H ₂ N-SH | 1 8 | 175 | 193-211 | 0.07 | サンマ 油 CONH SH |
| 23 | ニシン 油 酸 | H ₂ N-SH | 2 0 | 175 | 184-213 | 0.06 | ニシン 油 CONH-SH |
| 24 | アジ油酸 | H ₂ N-SH | 2 0 | 170 | 188-218 | 0.0 5 | ア ジ 油 CONH SH |
| 25 | タラ油酸 | SH H ₂ N- | 2 0 | 170 | 190-215 | 0.0 7 | SH 多 ラ 油 CONH |
| | マグロ 油 酸 | H₂N-SH | 18 | 170 | 188-208 | 0.05 | マクロ油 CONH SH |
| 27 | メンヘー デン油酸 | SH H₂N- | 18 | 170 | 190-210 | Ö.O 5 | SH ノンヘーデ CONH- ン油 |
| 28 | カレイは、酸 | H₂N-SH | 2 0 | 170 | 196-213 | 0.0.6 | カレイ油 CONH SH |

10

9

| | | | • | | | | |
|----|---------|---------------------|-----|-----|---------|-------|--------------|
| 29 | メヌケ 油 酸 | H ₂ N-SH | 1 8 | 170 | 196-218 | 0.0 6 | メヌケ油 CONH |
| 30 | クジラ油 酸 | H ₂ N-SH | 2 0 | 165 | 188-215 | 0.0 5 | クジラ油 CONH SH |
| 31 | 残油酸 | H ₂ N-SH | 2 0 | 160 | 198-218 | 0.0 6 | 残 油 CONH SH |

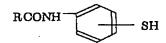
特許請求の範囲

1 一般式

ROOOH

(R=C₁₅~C₂₅までのOH基を有するかまたは 有しない分枝状または直鎖状の飽和または不飽和 脂肪族基を表わす)にて示される高級脂肪酸と次 の一般式

にて示されるSH 基を有するアニリン誘導体とを 加熱的に脱水縮合せしむることを特徴とする次の 15 一般式



20 にて示される脂肪族 SH -アニリドの製法。

This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning Operations and is not part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

| Defects in the images include but are not limited to the items checked: | |
|---|---|
| ☐ BLACK BORDERS | |
| ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES | |
| ☐ FADED TEXT OR DRAWING | |
| ☐ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING | |
| ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES | • |
| ☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS | |
| ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS | |
| ☐ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT | |
| ☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY | |
| | |

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.